

DERWENT-
ACC-NO: 1988-136799

DERWENT-
WEEK: 198820

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Thermoplastic resin cpd. prodn. for use in extrusion - includes agitating resin with
e.g. talc, mica etc., with mixer while heating above resin m.pt. etc.

PATENT-ASSIGNEE: SHOWA DENKO KK[SHOW]

PRIORITY-DATA: 1986JP-0222173 (September 22, 1986)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 63078704 A	April 8, 1988	N/A	006	N/A

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP 63078704A	N/A	1986JP-0222173	September 22, 1986

INT-CL (IPC): B29B007/82, B29B009/12 , B29B011/00 , C08L101/00

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 63078704A

BASIC-ABSTRACT:

Prodn. of the thermoplastic resin cpd. involves agitating a mixt. of a thermoplastic resin powder with 20wt.% or higher of a solid fine powder with a high speed mixer with heat externally supplied to the mixt. above the m.pt. of the resin, further agitating the mixt. to form grains of the thermoplastic resin of which the surface is adhered with the solid fine powder, and quickly cooling the grains below the m.pt. of the thermoplastic resin with agitation.

Specifically the thermoplastic resin is PE, PP, PVC, ethylene-propylene copolymer, etc., and the solid fine powders include talc, mica, calcium carbonate, pulp, cotton, etc.

USE/ADVANTAGE - This method is effective in producing thermoplastic resin cpds. for use in extrusion, injection blow, etc. moulding. Conventional pelletising process is unnecessary. The cpd. can be supplied in large amt., at high efficiency. The extrusion moulding stability is high. The gains of the thermoplastic resin are uniform in size.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

DERWENT-CLASS: A31

CPI-CODES: A08-M07; A11-A02C; A11-A03; A11-A04; A12-S09A;

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-78704

⑤Int.Cl. ⁴	識別記号	庁内整理番号	④公開 昭和63年(1988)4月8日
B 29 B 7/82		7206-4F	
7/14		7206-4F	
C 08 L 101/00	LSY	7445-4J	
// B 29 B 9/12		7206-4F	
11/00		7206-4F	審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑥発明の名称 熱可塑性樹脂コンパウンドの製造方法

①特 願 昭61-222173

②出 願 昭61(1986)9月22日

⑦発 明 者 春日 直 温 大分県大分市大字中の洲2 昭和電工株式会社大分研究所内

⑦発 明 者 山 本 晃 市 大分県大分市大字中の洲2 昭和電工株式会社大分研究所内

⑦発 明 者 佐 藤 正 喜 大分県大分市大字中の洲2 昭和電工株式会社大分研究所内

⑧出 願 人 昭和電工株式会社 東京都港区芝大門二丁目10番12号

⑨代 理 人 弁理士 山下 穰平

明 細 書

1. 発明の名称

熱可塑性樹脂コンパウンドの製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 固形微粉末を20重量%以上含有する熱可塑性樹脂粉粒体混合物を攪拌羽根を有する高速流動型混合機中で外部より熱を補給しつつ該樹脂の融点以上の温度に攪拌しながら混合、昇温せしめ、ついで上記混合物を攪拌しつつ顆粒化を行って上記熱可塑性樹脂粉粒体の表面に上記固形微粉末が付着した顆粒化物を生成せしめ、しかるのち該顆粒化物を熱可塑性樹脂の融点以下の温度に攪拌しつつ急速に冷却することを特徴とする熱可塑性樹脂コンパウンドの製造方法。

(2) 前記高速流動型混合機は、第1段が外部加熱機構を有し攪拌羽根の周速100m/sec以下に保ちながら各成分の混合、昇温急速に行なうことのできる混合機、第2段が攪拌羽根の周速を35~40m/sec保ちながら混合物の顆粒化を行なう混合機、第3段が融点以上に昇温した顆粒化物の

過大な互着、ブロック化を防止するため攪拌しながら急速に融点以下に冷却する機能を有する混合機の、3段からなる特許請求の範囲第1項記載の熱可塑性樹脂コンパウンドの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、無機充填材、有機充填材、顔料などの固形微粉末を配合した熱可塑性樹脂コンパウンドの製造方法に関し、さらに適用面からみれば、押出成形、射出成形、ブロー成形等に使用される熱可塑性樹脂コンパウンドの製造方法に関する。

〔従来技術〕

無機充填材や有機充填材を配合した熱可塑性樹脂は、その耐熱性や剛性等を改良する目的で合成樹脂産業界で広く使用されている。従来、これらの固形微粉末を熱可塑性樹脂に配合する方法としては、押出機、ミキシングロール、パンバリーミキサ、ニーダー等による方法が知られており、これらの方法によって溶融混練を行ったのち、成形機で成形し易い形に造粒してモルダールに供給して

きた。

しかしながら、上記の方法は、混合混練、造粒という工程が入るためコストが高くつく点が難点で、せっかく安い固形微粉末を配合しても、供給される混合物は高価なものになってしまう場合もあった。

一方、固形微粉末と熱可塑性樹脂の粉粒体を混合機で混合した場合は、固形微粉末の配合量が多くなると両者の分離が起り易く、固形微粉末の配合量を多くすることは困難であった。

また、それが可能であっても（熱可塑性樹脂が粉末の場合）、得られる混合物は嵩比重が小さく安息角も小さいため、単軸押出機による成形においてホッパーでブリッジングを起して供給できなくなったり、単軸押出機での食込み不良のため押出量が不安定になるなどの問題点があった。

また、ポリプロピレンやポリエチレン等の熱可塑性樹脂はペレットでモルダに供給される場合が殆どであるので、無機充填材の粉末とペレットを混合する際、無機充填材の配合量は20重量%

を補給してやれば、混合系の温度は熱可塑性樹脂の融点以上に速やかに昇温し、溶融した熱可塑性樹脂粉粒体の表面に固形微粉末が付着（一部は樹脂粉粒体の内部に浸透する）した顆粒化物が生成されること、そしてこれを急速に冷却することによって、輸送時の分離現象や押出機のホッパーにおけるブリッジング現象のない、且つ定量供給性の優れた固形微粉末高充填熱可塑性樹脂コンパウンドが得られることを見出した。

すなわち本発明の熱可塑性樹脂コンパウンドの製造方法は、固形微粉末を20重量%以上含有する熱可塑性樹脂粉粒体混合物を攪拌羽根を有する高速流動型混合機中で外部より熱を補給しつつ該樹脂の融点以上の温度に周速100 \pm sec以下で攪拌しながら混合、昇温せしめ、ついで上記混合物を周速35 \sim 40 \pm secで攪拌しつつ顆粒化を行って上記熱可塑性樹脂粉粒体の表面に上記固形微粉末が付着した顆粒化物を生成せしめ、しかるのち該顆粒化物を熱可塑性樹脂の融点以下の温度に攪拌しつつ急速に冷却することの特徴とする。

以下に制限される場合が多かった。

〔発明が解決しようとする問題点〕

本発明の目的は、上記コスト上及びドライブレンドの場合の混合量の制限、押出不安定等の問題点を解決し、ペレタイズ等の造粒工程を省略して安価な原料を供給するとともにこれまでのドライブレンドでは達成し得なかった高充填量で押出安定性に優れた熱可塑性樹脂コンパウンドの製造方法を提供することにある。

〔問題点を解決するための手段〕

固形微粉末を高充填した熱可塑性樹脂は通常、ミキサーやタンブラーでドライブレンドしたのち、押出機で溶融混練してペレットとして供給される。それは固形微粉末の樹脂中における分散性を良好にする目的と同時に押出機や射出成形機における定量供給性を重視しているからである。

本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、固形微粉末と熱可塑性樹脂粉粒体を高速流動型混合機で混合する際、単に混合するだけでなく混合用の攪拌羽根の周速を特定の高速に保ち、且つ外部から熱

高速流動型混合機の実例としてはヘンシエルミキサー〔三井三池工業（株）〕やスーパーミキサー〔（株）カワタ〕などがあり、これらを用いて攪拌羽根の周速を高速に保って原料を混合すれば粉末の摩擦熱により次第に混合物の温度が上昇して来、ついには融点を越えて熱可塑性樹脂の粉粒体表面に固形微粉末が付着した状態に至る。が、固形微粉末の配合割合が多くなると、混合物が適度の顆粒状態になるのに時間がかかるようになり、上記配合量が50重量%以上になると1バッチの混合が完了するのに20分から場合によっては1時間以上もかかることもあり、非常に効率が悪くなる。

このため、たとえば1時間当りの押出量が600 \pm kg/hrの押出機を用いて成形を行う場合、ミキサーの容量は1000 \pm 以上にもなり、設備費が多くなるばかりでなく、上記顆粒化物をつくるのが技術的にも困難になる。

従来的高速流動型混合機は、その主たる目的が多数の成分より成る粉粒体混合物を均一に攪拌分

散することにより、本発明の目的である「熱可塑性樹脂粉粒体の表面に固形微粉末を被覆固定した状態で、適当な粒徑を有する状態」に仕上げることを主目的にしているわけではないため、本発明の目的に使用することは不向きである。従来的高速流動型混合機は、槽内で攪拌用羽根（パドル）を高速で回転させて内容物を混合する機構になっているが、1種類の攪拌用羽根だけであるため本発明の目的を達する事は極めて困難であり、基本的に①混合昇温機構、②造粒コンパウンド形成機構、③冷却仕上機構に分離し、各々に最適な攪拌用羽根の形状、槽構造、加熱、冷却機構、周速等の条件を整える必要がある。このように各々別々の機能を有する3種の混合機を組合せたところに本発明の特徴がある。

高速流動型混合機を用いて固形微粉末と熱可塑性樹脂粉粒体を高速混合し、固形微粉末で被覆された樹脂粉粒体が部分的に融着して集合塊を形成した樹脂コンパウンドの製法については、特開昭59-220319号にも記述があるが、この方

法で直径数ミリメートルの大きさの粒徑に成長した段階で、直ちに冷却用混合機に排出して粒塊の成長を停止させ、適当な粒徑に調整してやらなければならない。熱可塑性樹脂粉粒体と固形微粉末の混合物を両者が一体になった顆粒状に仕上げるには混合物の温度を熱可塑性樹脂の融点以上に昇温させねばならないが、比較的短時間で効率良く昇温させる機能と適度な顆粒に仕上げる機能を1つの混合機で行なうことは困難である。それは早く昇温させるには攪拌抵抗の大きい攪拌用羽根を使用しなくてはならず、この攪拌用羽根では適度な顆粒状の仕上が困難だからである。その理由は熱可塑性樹脂粉粒体が融点に達してから適度な顆粒状に成長する時間は1分以内の極めて短時間になりコントロールが困難だからである。

この部分をコントロールしやすくするために攪拌用羽根の形状を攪拌抵抗の少ないものにする、昇温過程が非常に長くなり実用的でない。そこで本発明では、熱可塑性樹脂粉粒体が融点に達し、その表面に固形微粉末が付着し、さらに互着

法では混合に非常に時間がかかり、さらに溶融塊を粉碎機で粉碎して所望の粒徑に整えるという操作を行っており、処理時間が長く（実施例では1バッチに20分以上かかっている）、粉碎工程まで含めると押出機によるペレタイズ法と比較してエネルギー的にも余り有利とは言えない。

この方法において、熱可塑性樹脂粉粒体と固形微粉末を高速流動型混合機中で攪拌すると、攪拌用羽根と粉粒体混合物の間の摩擦熱により、次第に温度が上昇し、ついには樹脂の融点に達する。すると混合物の攪拌抵抗が急激に増大し、それに伴って混合物の温度も急上昇し、粉粒体は押出機で成形するに適当な直径数ミリメートルの大きさを瞬間的に通り越して粉粒体同志が互着して直径数センチメートル以上の大きな溶融塊となってしまう。

これを防止し、粉粒体を適度な大きさにコントロールするには、熱可塑性樹脂粉粒体が融点に達し、その表面に固形微粉末がたたき込まれ、熱可塑性樹脂粉粒体が固形微粉末により被覆された状

して適度な粒徑の顆粒状に成長する過程を特別に取出し、融点迄昇温させるための混合機と別の混合機を設けて造粒化に成功した。

本発明者らはコンパクトで高効率の混合造粒メカニズムを研究した結果、固形微粉末を高充填した熱可塑性樹脂粉粒体混合物をヘンシェルミキサーで混合する過程において、混合に要する時間は熱可塑性樹脂粉粒体をその融点まで昇温するのに大部分の時間を消費してしまい、融点に達してから比較的短時間で顆粒状態に至ることを見出した。この現象は固形微粉末の配合割合が増すほど顕著になる。それは樹脂の配合割合が少なくなるほど混合系の摩擦抵抗が減少し、攪拌羽根の回転に伴う運動エネルギーの熱エネルギーへの転換効率が低下するためであると考えられる。

そこで、混合の初期においては混合機の外部より熱を補給し機械的エネルギーによる発熱を補助してやると、きわめて短時間に混合系の温度が上昇する事実を発見することができた。混合物は最終的に成形に適した顆粒状に仕上げる必要があ

り、このためには攪拌用羽根の周速を35～40 m/sec の範囲に保つのがよい。この場合、混合物の温度は既に熱可塑性樹脂の融点を越えているため、混合物の摩擦抵抗は急激に増大し、それに伴わない温度も急激に上昇するので、混合機は外部から加熱しなくてもよい。

本発明における高速攪動型混合機は三種類の異なる機能を有する混合機を1組として構成される。すなわち、第1段目の混合機は混合物を出来るだけ早く昇温させると同時に固形微粉末と熱可塑性樹脂粉粒体の物理的分散を良好にする機能を有し、外殻の温度をヒーター又はオイルによりたとえば300℃前後まで昇温可能な構造であり、攪拌用の羽根は運転開始時に周速10 m/sec 以下の低速で始動し、その後次第に回転速度を上げ最高周速100 m/sec で回転する。

単に羽根の回転だけによっても混合物の温度を上げことは可能であるが、機械的エネルギーのみで昇温させることは効率的に無駄であるばかりか混合物を適当な顆粒状態に仕上げるのが困難

し、それに伴ない混合物の顆粒化が急速に進むため、この領域においては羽根の形状、攪拌速度を特別にコントロールしてやらねばならない。攪拌羽根の周速は35～40 m/sec の範囲がよく、周速が35 m/sec 未満では攪拌用羽根の攪拌抵抗が少なすぎて温度上昇が極めて緩やかになり、顆粒化に極めて時間がかかるか、場合によっては顆粒化が困難になる。また、周速が40 m/sec を越えると逆に昇温速度が早すぎて顆粒の粒径コントロールが困難となる。混合物の顆粒状態の形状制御は、温度よりも混合機の駆動用モーターの電力又は電流で制御するのが好ましい。所定の顆粒状態に達したら、混合物は直ちに第3段目の混合機に排出される。

熱可塑性樹脂粉粒体の表面に固形微粉末が付着した適当な顆粒状態は、固形微粉末と樹脂の比率にもよるが一般に樹脂の融点より10℃から80℃程高い温度において達成されるので、直ちに冷却してやらないと、混合物全体が互着して成形に適した粒子サイズの大きさを大巾に越えてしま

である。混合物中の熱可塑性樹脂粉粒体が融点以上の温度となるよう外部から熱を加え、同時に内部からも高速回転する羽根によって発熱させることが、混合物の昇温にとってきわめて有効である。羽根の回転速度は始動時は低速にしないとモーターの始動トルクがきわめて大きくなり、機械的な無理がかかると同時に混合物が混合機内で異常な運動を起し、混合機より外部へ吹き出してしまう。

昇温速度を上げるためには羽根は出来るだけ高速に回転させる方がよいが、周速100 m/sec を越えると制御が難しくなる。

第1段目の混合機によって混合物の温度が融点付近に達し、混合系の攪拌抵抗が増大し始めたら直ちに第2段目の混合機に排出する。

第2段目の混合機は混合物を適度な顆粒状態に仕上げる機能を有する。固形微粉末と熱可塑性樹脂粉粒体の混合物は温度が熱可塑性樹脂の融点以上に達すると、いままで固体であった樹脂が溶融体となるため混合物全体の攪拌抵抗が急激に増大

たり、1つの固まりになってしまう。

押出成形機や射出成形機にとって必要なコンパウンドの性状は先ず成形機のスクリーに食い込める程の小さな粒径であることが必要で、一般的に径が5 mm以下のサイズでなければならない。

そこで本発明においては、ホッパーにおいてブリッジングの発生を抑えたりスクリーでの供給性が良好な適当な粒径を持つコンパウンドを製造するために、第2段で固形微粉末によって被覆された熱可塑性樹脂の粒子が適度の大きさに成長して造粒化される過程を混合物の温度とモーター負荷により検出し、所定の水準に達したら直ちに第3段目の混合機に排出し、急速な冷却によって粒子の成長を停止させる。このため第3段目の混合機は攪拌羽根の他に適当な冷却装置、たとえば強制冷却ジャケットを有し、冷却表面積の大きな構造を有する。ここでの攪拌は冷熱を均一に内容物に供給するのが主目的であるから、周速5～20 m/sec の範囲でよい。

以上で明らかなように本発明は第1段に急速加

熱機、第2段に造粒機、第3段に強制冷却機をそれぞれ保有する3種の混合機を組合せ、混合物の温度制御システムによって従来の高速混合機では得られなかった高効率で粒子径のそろったコンパウンドを製造可能としたものである。

本発明で用いる固形微粉末とは、タルク、マイカ、炭酸カルシウム、グラファイト、二酸化チタン、チタン酸カリウム、クレー、シリカ、アルミナ、ガラス粉等の無機充填材、パルプ、古紙、モミガラ、綿、絹、麻、合成繊維等の有機充填材、それに顔料等を指す。これらの固形微粉末は、2種以上を併用してもよい。固形微粉末は、熱可塑性樹脂微粉体に対し20重量%以上混合される。

20重量%未満では固形微粉末を混合する意味がなくなる。混合量の上限は無機充填材の場合で85重量%である。最終的に利用するコンパウンドの物性上の制約から、実用的には無機充填材の配合量は20重量%から60重量%の範囲に大部分のものが入る。また、有機充填材の配合量は、最大60重量%であることが好ましい。

混速度は50℃/minであり、約3分後に混合物の温度が160℃に達したので直ちに第2段目の槽内容量100ℓの高速流動型混合機に排出し、攪拌羽根の周速を40m/secに保って1分間混合し、モーター電流が始動直後の1.5倍の70Aに到達し、混合物の温度が180℃になった時点で混合物を第3段目の高速流動型混合機（冷却ミキサー）に排出し、攪拌羽根の周速8m/sec、冷却速度40℃/minで急冷し、凝結粒子の互着を防止し顆粒状に仕上げた。混合に要した時間は全部で5分であった。得られたコンパウンドの嵩比重は0.66であり、平均粒径は700μであった。またこのコンパウンドの安息角は48°であった。次に、このコンパウンドを65mm単軸押出機に投入したところ、コンパウンドは適度の顆粒状であるため、マイカの分級も起らず、ホッパーでのブリッジングもなく、押出機への食い込みも良好であった。

つづいて設定時間220℃、スクリー回転数80rpm、押出量70kg/hrの条件下で巾650

また本発明で用いる熱可塑性樹脂微粉体とは粉体、粒体いづれでもよく、熱可塑性樹脂としてはポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル、エチレン-プロピレン共重合体、エチレン-酢酸ビニル共重合体、ポリブテン、ナイロン-6、ナイロン-66、ナイロン-12等、一般に成形分解で用いられるものなら殆ど適用可能である。

[実施例]

次に実施例及び比較例を挙げて本発明をさらに具体的に説明する。

実施例1

ポリプロピレン(MFR=0.5g/10min、商品名ショウアロマーSA510、昭和電工株式会社製)50重量%、マイカ(平均粒径10μ)50重量%からなる混合物25kgを外部加熱温度220℃に設定した槽内容量100ℓの高速流動型混合機に投入し、周速10m/secで攪拌羽根を回転させながら混合を開始し、その後1分間で60m/secまで回転速度を上昇させて攪拌混合した。平均昇

速、肉厚0.5mmのシートを成形した。押出量のバラツキを測定したところ、±1.5%であり、きわめて安定した成形が可能であった。又このシートのフィルター分散も調べたが、きわめて良好であった。

比較例1

実施例1と同一組成の混合物をジャケット温度120℃に加熱した容量100ℓの高速流動型混合機〔(株)カワタ製スーパーミキサー〕に投入し、攪拌羽根の回転速度1350rpmに保って混合を開始した。20分経過後モーター電流が上昇し始め、2分後に負荷電流が定常状態の1.5倍に達したので、内容物を排出した。混合に要した時間は全部で22分であった。

排出したコンパウンドを調べたところ、粒径はきわめて不ぞろいであり、直径が5mm以上の凝集塊も含まれており、成形機に使用するには粉碎機によるコンパウンドの再粉碎が必要であった。

[発明の効果]

本発明によれば、ベレタイズ等の造粒工程が省

略されているため、安価な原料を押出成形機や射出成形機等へ供給することができるとともに、これまでのドライブレンドでは達成し得なかった高充填量、高効率の下で押出安定性にすぐれ且つ粒子径のそろった熱可塑性樹脂コンパウンドを提供することができる。

代理人 弁理士 山下 穰 平